МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.776 : 543.06 : 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Общие требования к методам анализа

Selenium. General requirements for methods of analyses.

ГОСТ 20996.0—82*

Взамен ГОСТ 20996.0—75

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 июня 1982 г. № 2481 дата введения установлена

01.07.83

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

1. Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа технического селена и требования безопасности при выполнении анализов.

2. Отбор и подготовку проб селена для анализа проводят по ГОСТ 10298—79.

3. Массовую долю селена, железа и алюминия определяют параллельно в трех навесках, массовую долю остальных примесей — в двух навесках.

4. Одновременно с проведением анализа при определении примесей в техническом селене в тех же условиях проводят два контрольных опыта соответствующими методами анализа для внесения в результат поправки на загрязнение реактивов, вычитая значение контрольного опыта из результата определения компонента при анализе пробы или проведением определения по отношению к контрольному опыту.

5. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает значений допускаемых расхождений, указанных в соответствующих стандартах на методы анализа для соответствующих диапазонов массовых долей определяемых компонентов при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Если расхождения результатов параллельных определений превышают допускаемую величину, определение необходимо повторить. Численные значения результатов анализа должны содержать последнюю значащую цифру в том же разряде, в котором стоит последняя значащая цифра численного значения допустимого расхождения результатов определения.

4, 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. Взвешивание анализируемой пробы, осадков в ходе анализа, исходных веществ, используемых для приготовления стандартных и титрованных растворов, необходимо проводить с погрешностью не более 0,0002 г.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

** Издание (май 2000 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1987 г. (ИУС 3—88)*

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2000

7. Для проведения анализов и приготовления растворов реактивов используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72 и реактивы квалификации не ниже ч.д.а., если в стандартах не оговорена другая степень чистоты.

8. В выражении «разбавленная 1:1, 1:2» и т. д. первые цифры означают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части вещества, используемого для разбавления. Если разбавление не указано, то следует иметь в виду концентрированные кислоты или аммиак.

9. Выражение «горячая вода (раствор)» означает, что жидкость имеет температуру 70—90 °С, «теплая вода (или раствор)» — температуру 40—70 °С.

10. Лабораторные измерительные средства (пипетки, бюретки, мерные колбы и др.) должны соответствовать ГОСТ 1770—74 и другим нормативным документам.

11. При фотометрических и атомно-абсорбционном определениях необходимо строить градуировочные графики, на оси абсцисс которых откладывается значение массовой доли определяемого компонента, а на оси ординат — оптическая плотность соответствующих растворов.

Для построения градуировочных графиков требуется не менее пяти точек, которые должны быть равномерно распределены по диапазону измерений, при этом максимальное и минимальное значения измерений устанавливают пределы диапазона измерений.

12. Титр растворов устанавливают не менее чем из трех навесок исходного вещества, выражают в граммах вещества на 1 $см^3$ раствора и рассчитывают с точностью не менее чем до третьей значащей цифры, контролируют не реже одного раза в месяц.

13. Для приготовления стандартных растворов применяют металлы, содержащие основного компонента не менее 99,9 %, или их окислы, или азотнокислые, углекислые соли. Способ приготовления стандартных растворов — по ГОСТ 4212—76.

14. Контроль правильности результатов анализа осуществляют при помощи стандартных образцов состава технического селена или методом добавок.

При использовании стандартных образцов результаты анализа считаются правильными, если выполняется соотношение

$$\overline{X} - X_{атт} \le 0{,}7\, Д_{сх},$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое воспроизведенной величины массовой доли, %;

$X_{атт}$ — аттестованная характеристика массовой доли компонента в техническом селене, %;

$Д_{сх}$ — допустимое расхождение результатов параллельных определений, %.

При использовании метода добавок добавка должна в 2—3 раза превышать массовую концентрацию определяемой примеси в пробе (C_1), а при $C_1 < C_м$, если $C_м$ — нижний предел определяемых концентраций, добавка должна в 2—3 раза превышать значение $C_м$.

Результаты анализа считаются правильными, если выполняется соотношение

$$\overline{X} - X_{доб} \le 0{,}7\, Д_1^2 + Д_2^2,$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое воспроизведенной величины массовой доли добавки, %;

$X_{доб}$ — массовая доля добавки, %;

$Д_1$ и $Д_2$ — допустимые расхождения результатов параллельных анализов компонента в пробе и в пробе с добавкой, %.

Периодичность проведения контроля правильности результатов анализа — по нормативному документу.

11—14. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

15. Требования безопасности

15.1. Размещение и хранение химических реактивов, проб селена и прочих материалов, применяемых в анализах и обладающих опасными и вредными свойствами, а также их использование должны соответствовать нормативным документам на их изготовление и применение.

15.2. Пробы технического селена, поступающие на анализ, следует хранить в пакетах из плотной бумаги по ГОСТ 2228—81 или в стаканчиках для взвешивания по ГОСТ 25336—82 в специальном шкафу или боксе, оборудованном вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021—75.

15.1, 15.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

15.3. Лабораторные помещения, в которых выполняется химический анализ технического селена, должны быть оборудованы вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021—75, обеспечивающими чистоту воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88.

15.4. Лабораторные помещения, в которых выполняется работа по анализу химического состава технического селена, должны быть обеспечены огнетушителями ОХП-10 и ОУ-8 по НД.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

15.5. Все операции химического анализа (растворение пробы, осаждение, экстракция и т. д.), связанные с выделением ядовитых паров или газов, должны проводиться в боксах, оборудованных местным отсасывающим устройством.

15.6. При проведении анализа технического селена в воздух рабочей зоны могут выделяться вредные вещества, предельно допустимые концентрации которых не должны превышать концентраций, указанных в таблице.

Наименование вредного вещества	Класс опасности по ГОСТ 12.1.007—76	Предельно допустимая концентрация, мг/м^3, по ГОСТ 12.1.005—76
Азота окислы в пересчете на NO_2	3	3
Аммиак	4	20
Ангидрид серный	2	1
Ангидрид сернистый	3	10
Диэтиловый эфир	4	300
Йод	2	1
Кислота серная	2	1
Кислота соляная	2	5
Кислота уксусная	3	5
Спирт этиловый	4	1000
Толуол	3	50
Углерод четыреххлористый	2	20

(Измененная редакция, Изм. № 1).

15.7. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны осуществляют по ГОСТ 12.1.007—76.

15.8. Рабочие места для выполнения анализов должны соответствовать ГОСТ 12.2.032—78 и ГОСТ 12.2.033—78.

15.9. При работе с токсичными, едкими, пожаро-, взрывоопасными реактивами следует соблюдать требования безопасности, изложенные в нормативных документах.

15.10. При работе с вредными и ядовитыми веществами необходимо применять средства защиты по ГОСТ 12.4.011—89, индивидуальные средства защиты (респираторы по ГОСТ 12.4.004—74 или ГОСТ 12.4.028—76, резиновые перчатки по ГОСТ 12.4.103—83, одежду по ГОСТ 27654—88 и ГОСТ 29058—91).

15.11. Спецодежда должна использоваться согласно инструкции о порядке выдачи, хранения и пользования спецодеждой, спецобувью и предохранительными приспособлениями, утвержденной Госкомитетом СССР по труду и социальным вопросам.

15.12. При утилизации, удалении и обезвреживании отходов производства анализов необходимо руководствоваться правилами безопасной работы в химической лаборатории и нормативными документами, согласованными с санитарно-эпидемиологической службой Министерства здравоохранения СССР.

15.13. При работе с газовыми установками следует руководствоваться ГОСТ 12.2.008—75 и правилами безопасности в газовом хозяйстве, утвержденными Госгортехнадзором СССР.

15.14. Все электроприборы и электроустановки в лаборатории должны соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором СССР.

Эксплуатация электроприборов и электроустановок, используемых в процессе анализа, должна проводиться в соответствии с правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденными Госэнергонадзором СССР, и ГОСТ 12.1.019—79, ГОСТ 12.2.007.0—75.

15.15. Работающие в химической лаборатории должны быть обеспечены спецжирами согласно «Правилам бесплатной выдачи молока или других равноценных пищевых продуктов рабочим и служащим, занятым в производствах, цехах, на участках и в других подразделениях с вредными условиями труда», утвержденным Госкомитетом СССР по труду и социальным вопросам.

15.16. На работу в химические и спектральные лаборатории допускаются лица, обученные требованиям безопасной работы в лабораториях по ГОСТ 12.0.004—90.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 20.06.2000. Подписано в печать 26.07.2000. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,43. Тираж 108 экз. С 5589. Зак. 661.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru